**Определение марганца и олова в нанокомпозитах SnO2/MnOx   
методами ИСП МС и РФА ПВО.**

***Шерстобитов А.В.***

*Студент, 3 курс специалитета*

*Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,   
химический факультет, Москва, Россия*

*E-mail: SherstobitovAV@my.msu.ru*

Диоксид олова обладает обширной сферой применения, в том числе используется в качестве чувствительного материала в полупроводниковых газовых сенсорах. Селективность взаимодействия диоксида олова с разными газообразными аналитами достигается за счет его модификации каталитическими компонентами, содержание которых варьируется от 0.1 до 10 ат% (по катионам). В данной работе разработан подход к раздельному определению содержания модифицирующей добавки марганца в поверхностной сегрегации и объеме SnO2 в нанокомпозитах SnO2/MnOx методами масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП МС) и рентгенфлуоресцентного анализа с полным внешним отражением (РФА ПВО).

Исследуемые образцы представляют собой серию композитов SnO2/MnOx с содержанием марганца [Mn]/[Mn+Sn] = 1.5 ат. %, выдержанных в воздушной атмосфере при 600ºС в течение 1, 3 и 7 дней. Методом рентгеновской дифракции и спектроскопии КР установлено наличие во всех образцах фазы тетрагонального диоксида олова (структура типа рутила). Дополнительно синтезировали образец MnOx, содержащий кристаллическую фазу оксида марганца (III) (структура типа биксбиита). Согласно результатам, полученным методами РФЭС и ЭПР, в образцах SnO2/MnOx присутствуют ионы Mn3+ в поверхностной сегрегации MnOx и ионы Mn2+ в низкоспиновом состоянии в кристаллической структуре SnO2.

На основе полученных данных были предложены реагенты для поверхностного травления образцов: концентрированная соляная кислота, щавелевая кислота в солянокислой среде, пирофосфат натрия в солянокислой среде, кислый и щелочной раствор формальдоксима. Методом ИСП МС установлено, что соединения марганца на поверхности диоксида олова растворяются при использовании всех выбранных реагентов, однако только при использовании кислого раствора формальдоксима олово не переходит в раствор. Применение данного подхода позволяет определять содержание марганца на поверхности кристаллических зерен SnO2.

Для метода ИСП МС была создана методика растворения образцов в автоклаве с микроволновой интенсификацией (автоклавная жидкость – смесь концентрированных соляной и плавиковых кислот в соотношении 2 к 1; первый этап – 20-100°C в течение 10 мин, выдержка 5 мин, второй этап – 100-150°C в течение 10 мин, выдержка 5 мин, третий этап – 150-220°C в течение 10 мин, выдержка 30 мин, четвертый этап – 220-150°C в течение 10 мин, выдержка 30 мин), подобраны внутренние стандарты – Cu и Rh – для учета дрейфа базовой линии при измерении Mn и Sn, соответственно. Согласно полученным данным, общее содержание марганца в материалах составило 1,5 ат. %, что соответствует введенному при синтезе. На основе данных о распределении марганца охарактеризован процесс диффузии марганца в диоксиде олова: с увеличением времени отжига снижается содержание марганца на поверхности, общее содержание остаётся неизменным.

Для анализа образцов без полного разложения методом РФА ПВО готовили растворы травления и суспензии в этиленгликоле с добавлением внутреннего   
стандарта (Ga). Результаты определения марганца в растворах после обработки поверхности методами ИСП МС и РФА ПВО сходятся в пределах погрешности 5%. Результаты определения олова и марганца в суспензиях расходятся с результатами, полученными в растворах образцов после полного разложения. Такой результат можно связать с неравномерным распределением внутреннего стандарта в суспензиях образцов.